

前 言

本标准是对 GB/T 1831—1979《锡精矿中二氧化硅量的测定(硅钼蓝吸光度法)》的修订。

本标准与 GB/T 1831—1979 相比,主要有如下变动:

- 采用过氧化钠-无水碳酸钾直接熔融分解试样;
- 硅钼黄显色时的盐酸浓度由 0.10 mol/L 提高到 0.30 mol/L;
- 使用抗坏血酸和硫酸亚铁铵混合还原液;
- 测定波长由 700 nm 改为 660 nm。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 1831—1979。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责归口。

本标准由云南锡业集团有限责任公司、柳州华锡集团有限责任公司负责起草。

本标准由云南锡业集团有限责任公司起草。

本标准由云南省有色地质局 308 队、个旧市冶金研究所参加起草。

本标准主要起草人:汤建所、王青、李伯珍、刘影。

本标准主要验证人:张微、姚惠宁、苏林建。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 1831—1979。

锡精矿化学分析方法

二氧化硅量的测定

硅钼蓝分光光度法

1 范围

本标准规定了锡精矿中二氧化硅含量的测定方法。

本标准适用于锡精矿中二氧化硅含量的测定。测定范围：0.10%~10.00%。

2 方法原理

试样以过氧化钠-无水碳酸钾熔融分解，浸取酸化后，分取部分试液在盐酸溶液 $[c(\text{HCl})=0.30\text{ mol/L}]$ 中与钼酸铵形成硅钼黄。于盐酸溶液中加入抗坏血酸和硫酸亚铁铵混合还原液，生成硅钼蓝，于分光光度计波长 660 nm 处，测其吸光度。

3 试剂

- 3.1 过氧化钠。
- 3.2 无水碳酸钾。
- 3.3 无水碳酸钠。
- 3.4 无水乙醇。
- 3.5 盐酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。
- 3.6 硫酸($\rho=1.84\text{ g/mL}$)。
- 3.7 氨水($\rho=0.90\text{ g/mL}$)。
- 3.8 盐酸(1+1)。
- 3.9 盐酸(1+3)。
- 3.10 硫酸(1+1)。
- 3.11 氨水(1+1)。
- 3.12 钼酸铵溶液(100 g/L)：过滤后使用。
- 3.13 草酸溶液(100 g/L)。
- 3.14 高锰酸钾溶液(30 g/L)。
- 3.15 对硝基酚溶液(1 g/L)。
- 3.16 酚酞溶液(5 g/L)。
- 3.17 混合还原液：A液 200 mL 抗坏血酸溶液(5 g/L)；B液 200 mL 硫酸亚铁铵溶液(50 g/L)，加 100 mL 硫酸(1+1)；A液和 B液合并后加 20 g 酒石酸溶解，此混合液在 10 天内使用有效。
- 3.18 二氧化硅标准溶液：称取 0.100 0 g 二氧化硅($\geq 99.99\%$)于铂坩埚中，加 2 g 无水碳酸钾-碳酸钠(1+1)混匀。于箱式电阻炉中在 800℃左右熔融至红色透明，取出坩埚冷却至室温，用温水浸取熔融物于塑料烧杯中，滴加 2 滴酚酞溶液，用硫酸(3.10)中和至红色消失，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。移入塑料瓶中贮存。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 二氧化硅。

4 试样

- 4.1 试样粒度应不大于 0.074 mm。

4.2 试样应在 105℃±5℃烘箱中烘 1 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 0.2 g 试样(4),精确至 0.000 1 g。

5.2 测定次数

独立地进行 2 次测定,取其平均值。

5.3 空白试验

在不含试料的 30 mL 银坩锅中按 5.4.1~5.4.3 条操作。

5.4 测定

5.4.1 将试料(5.1)置于 30 mL 银坩锅中,加入 2 g 过氧化钠混匀后,再覆盖 1 g 无水碳酸钾,加盖。置于已升温至 550℃的箱式电阻炉中分解 20 min,取出,将熔融物均匀摇动于坩锅壁上,稍冷。

5.4.2 用水吹洗坩锅外壁及底部,将坩锅放入 250 mL 塑料烧杯中,用 100 mL 近沸的水浸取,取出坩锅,用热水洗净坩锅,洗液并入烧杯中。

5.4.3 在摇动下缓缓加入 20 mL 盐酸(3.8),冷却至室温,将溶液移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,干过滤。

5.4.4 按表 1 分取滤液于 100 mL 容量瓶中,加 1 滴对硝基酚溶液,用氨水(3.11)和盐酸(3.9)中和至黄色消失,加 5 mL 盐酸(3.9),加几滴高锰酸钾溶液至微红色,用水稀释至约 35 mL。

表 1

二氧化硅含量/%	分取试液体积/mL
0.10~0.50	20
0.50~5.00	10
5.00~10.00	5

5.4.5 加 8 mL 无水乙醇,在不断摇动下加入 7.5 mL 钼酸铵溶液,混匀,在 10~30℃的温度下,放置 20~30 min。

5.4.6 加 20 mL 盐酸(3.8),加 5 mL 草酸溶液,混匀后立即加入 10 mL 混合还原液,用水稀释至刻度,混匀,放置 15 min。

5.4.7 将部分溶液移入 1 cm 吸收皿中,以随同试料的空白试验溶液为参比,于分光光度计波长 660 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出二氧化硅量。

5.5 工作曲线的绘制

5.5.1 移取 0, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00 mL 二氧化硅标准溶液,分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加 1 滴对硝基酚溶液,用氨水(3.11)和盐酸(3.9)中和至黄色消失,加 5 mL 盐酸(3.9),用水稀释至约 35 mL,混匀。以下按 5.4.5~5.4.6 条进行。

5.5.2 移取部分二氧化硅标准系列溶液于 1 cm 吸收皿,以水为参比,于分光光度计波长 660 nm 处测量其吸光度,减去试剂空白溶液的吸光度,以二氧化硅量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算二氧化硅含量 $w(\text{SiO}_2)(\%)$:

$$w(\text{SiO}_2) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-5}}{m_0 \cdot V_1} \times 100$$

式中:

m_1 ——工作曲线上查得的二氧化硅量,单位为微克(μg);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);
 V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);
 m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。
 所得结果表示至两位小数。

7 精密度

7.1 重复性条款

$w(\text{SiO}_2)(\%)$:0.60	3.65	5.90	9.90
$r(\%)$:0.10	0.20	0.26	0.12

7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

%

$w(\text{SiO}_2)$	允许差
0.10~0.30	0.03
>0.30~0.50	0.05
>0.50~1.00	0.10
>1.00~2.00	0.20
>2.00~5.00	0.30
>5.00~10.00	0.40